

УДК 543.04

А.С. Михалёв
(A.S. Michalyov)
УГЛТУ, Екатеринбург
(USFEU, Ekaterinburg)

ТЕХНИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ФЕНОЛЬНЫХ ВОД (TECHNICAL CONTROL OF PHENOLATED WATER)

Аналитическая химия технологических и сточных фенольных вод целлюлозно-бумажной промышленности, производства пластических масс.

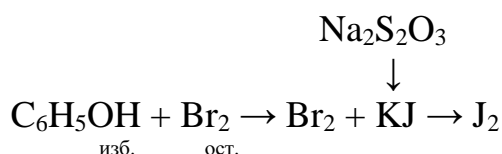
The analytical chemistry of phenolated industrial and sewage water produced by pulp- and- paper and plastic industries.

Перед аналитиком-производителем, осуществляющим химико-технический контроль технологических процессов, стоят, как правило, узкие задачи определения содержания конкретных соединений известных структур и соотношения их в смесях. В этих случаях приемлемо использование химических и физико-химических методов, базирующихся на анализе продуктов реакций с участием определяемых веществ. Такой контроль отличается низкими себестоимостью и трудоемкостью анализа, не требует специальной переподготовки персонала.

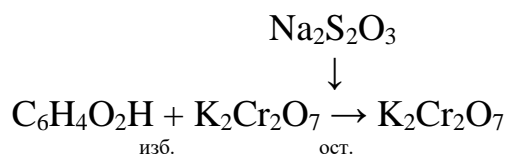
В ходе проведения технического контроля на предприятиях целлюлозно-бумажной промышленности, производства пластических масс осуществляется качественное и количественное определение содержания фенолов, полифенолов и продуктов их переработки [1]. Качественное (с полуколичественной оценкой) определение основано на аналитических реакциях с хлоридом железа (III), нитратом натрия, уксуснокислым свинцом. Количественное определение проводят, как правило, традиционными химическими методами, например, с применением экстракции щелочью, броматометрически (оксибензол, схема 1), хроматометрически (гидрохинон, схема 2) или диазотированным паранитроанилином, 4-аминоантипирином, амидопирином.

Схема 1

Броматометрическое определение оксибензола (фенола)



Хроматографическое определение п-диоксибензола (гидрохинона)



Обеспечение контроля технологических процессов и их продукции на все более высоком уровне возможно лишь при дальнейших разработках новых и развитии имеющихся инструментальных методов [2], так как химический анализ в этом отношении себя практически исчерпал. Применение инструментальных методов для контроля содержания фенолов, полифенолов и их производных обуславливает необходимость совершенствования способов пробоподготовки, замены заложенных в основы методик определения аналитических реакций и последовательностей аналитических операций [3].

Следует отметить, что электрометрическое определение фенолов затруднено вследствие их электролитической слабости (рК менее 7). Это обуславливает малые значения индексов крутизны интегральных кривых вблизи моментов эквивалентности при кондуктометрическом титровании [1, стр.169]. Полярографическое (амперометрическое) определение возможно только в неводных средах (рН = 2 – 8, графитовые электроды, E = 0,3 – 0,6 В) [1, стр.189]. Предпочтительнее реализация молекулярно-абсорбционного анализа с использованием качественных реакций на фенолы и их производные. Так, в ходе проведения аналитической реакции фенолсодержащих компонентов проб с 1%-ным хлоридом железа (III) в 0,1 М соляной кислоте образуются окрашенные соединения типа ArOFe (II). При этом цветовой тон и интенсивность окраски зависят от номенклатуры и концентрации соединений в анализируемой пробе, например:

- фиолетовая, 380 – 450 нм (альфа – нафтол, салициловая кислота);
- синяя, 450 - 495 нм (гидрохинон, крезол);
- зеленая, 495 – 570 нм (бета - нафтол);
- красная, 620 – 750 нм (нитросалициловая кислота).

Достижение приемлемой точности (правильности и прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725) фотометрического анализа при наложении спектров поглощения отдельных компонентов возможно применением следующих методик анализа и обработки экспериментальных результатов

Методика анализа

В зависимости от предполагаемого состава фенольных компонентов определяют интервалы эффективных длин волн. Расчет последовательности волн проводят по объединенному уравнению Бора – Планка (частное

от деления постоянной ($K = 28400$) на величину теплоты образования в ккал/моль соответствующего соединения из атомов) [1, стр.136]. Приготовленные (стандартные) растворы компонентов фотометрируют в выбранном интервале волн и фиксируют две (λ_1 и λ_2), при которых светопоглощение (D_1 и D_2) максимально. При необходимости ($0,8 < D < 0,05$) повторяют замеры в кюветах большей ($D \uparrow$), меньшей ($D \downarrow$) длины или соответственно изменяют разбавление стандартных растворов.

Измеряют оптические плотности анализируемого раствора (D_1^{cm} и D_2^{cm}) при фиксированных длинах волн (λ_1 и λ_2).

Методика обработки результатов

По результатам фотометрирования стандартных растворов рассчитывают молярные коэффициенты светопоглощения (ξ_i) для компонента 1 ($\xi_{\lambda_1}^1, \xi_{\lambda_2}^1$), компонента 2 ($\xi_{\lambda_1}^2, \xi_{\lambda_2}^2$) и т.д. по уравнению Бугера – Ламберта – Бера:

$$\xi_{\lambda_i} = \frac{D_{\lambda_i}}{Cl},$$

где D_{λ} – оптическая плотность раствора при данной длине волны;

C - концентрация компонента с учетом разбавления, г-моль/л;

l - толщина фотометрического слоя (длина кюветы), см.

Используя значения светопоглощения смеси фенолсодержащих компонентов? определяют концентрации их (г-моль/л) по формулам:

$$C_{MB} = \frac{D_{cm}^{\lambda_2}}{\xi_{\lambda_2}^1 \cdot l}; \quad C_{M3} = \frac{D_{cm}^{\lambda_1} - \frac{\xi_{\lambda_1}^1}{\xi_{\lambda_1}^2} \cdot D_{cm}^{\lambda_2}}{\xi_{\lambda_1}^2 \cdot l}.$$

Мольное соотношение (%) компонентов в анализируемой смеси рассчитывают по стандартным методикам [4].

Библиографический список

1. Михалев, А.С. Технический анализ органических соединений [Текст]/ А.С. Михалев. Екатеринбург^ УГЛТУ, 2005. 248 с.
2. Комяк, Н.И. Журнал аналитической химии [Текст]/ Н.И. Комяк. 1996. т. 51. № 10. 1113.
3. Михалев, А.С. Модернизация контроля содержания фенолов и их производных в растительном сырье [Текст]/ А.С. Михалев // Материалы III Всероссийской конференции «Новые достижения в химии и химической технологии растительного сырья». Барнаул, 2007. 391-395.

4. Васильев, В.П. /Аналитическая химия [Текст]: лабораторный практикум/ В.П. Васильев, Р.П. Морозова, Л.А. Кочергина. Изд. 2. М.: Дрофа, 2004. 415 с.

УДК 543.56: 543.42.062

О.В. Олина, Т.В. Скорых, И.Г. Первова,
Т.И. Маслакова, Т.А. Мельник, И.Н. Липунов
(O.V. Olina, T.V. Skorykh, I.G. Pervova,
T.I. Maslakova, T.A. Melnik, I.N. Lipunov)
УГЛТУ, Екатеринбург
(USFEU, Ekaterinburg)

**ВИЗУАЛЬНОЕ ТЕСТИРОВАНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ТОКСИЧНЫХ
МЕТАЛЛОВ В ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ
(VISUAL TESTING OF TOXIC METAL CONCENTRATION
IN WATER BODIES)**

Исследованы закономерности выбора бензоксазолилформазапов в качестве аналитических реагентов для тест-определения токсичных металлов в растворах.

The principles of selection of benzoxazolylformazanes as analytical agents to determine toxic metals in solutions are investigated.

On-site анализ представляет собой важное и весьма перспективное направление аналитической химии. Для разработки надежных, чувствительных и селективных тест-методов используют достижения классической аналитической химии. Ноу-хау разработчиков и производителей тест-систем сосредоточивается на подборе рациональной комбинации реагентов, матрицы и способа взаимодействия органического реагента с анализом.

В данной работе проведен поиск избирательных аналитических реагентов класса бензоксазолилформазапов для визуального тестирования ионов Ni(II), Zn(II), Cd(II) и Pb(II), предварительно сорбированных на целлюлозосодержащий льняной материал. Благодаря своей гидрофильности лен быстро пропитывается растворами, обеспечивая экспрессное проведение индикаторной реакции, и отличается необходимой механической стойкостью (по сравнению с широко применяемыми в тест-методах бумажными матрицами). Упорядоченное расположение волокон в ткани позволяет получить равномерную окраску, а исходный белый цвет облегчает цветовую интерпретацию полученного аналитического эффекта.